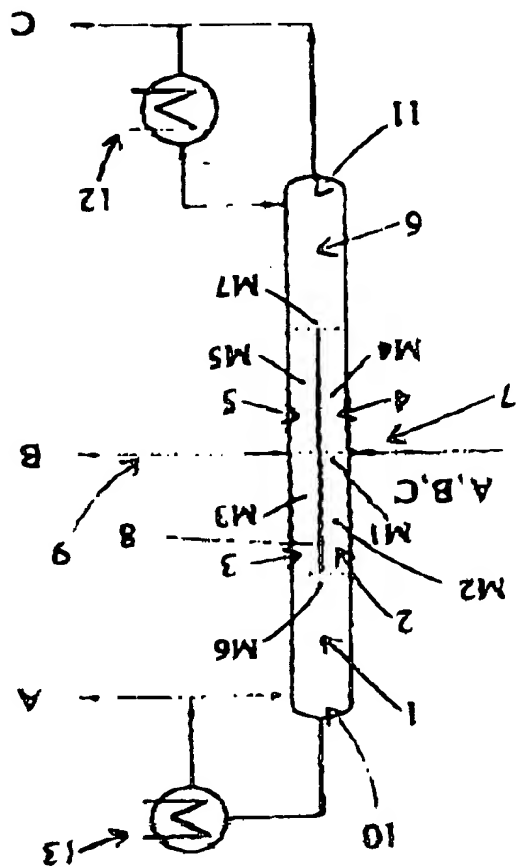


<p>97-321905/30 J(1) BASF AG</p> <p>95.12.19 95DE-1047450 (97.06.25) B01D 3/14</p> <p>Control of partitioned or thermally coupled column - uses measurements of concentration at different levels to create control strategy with two hierarchical levels (Ger)</p> <p>C97-104114 R(BE CH DE FR GB I J NI.)</p> <p>Addnl. Data: KAIBEL G, STROEFZEL M 96.12.18 96EP-120440</p>	<p>J(1-A2A)</p> <p>Also claimed is a partitioned or thermally coupled distillation column having measuring points located at points determined in accordance with the requirements of the above process.</p> <p><u>ADVANTAGE</u> The technique is applicable to a wider range of operations than a technique based on temperature measurements.</p> <p><u>PREFERRED EMBODIMENTS</u> The interfaces in the upper hierarchy level are used to control the off-take balance of the head, side, and bottom products. Those of the lower level are used to control the feed rate and/or the heat input and/or the flow ratio of the liquid phase at the upper end of the longitudinally partitioned column and/or the flow ratio of the vapour at its lower end. The interfaces of the lower level of the hierarchy, which are based largely, preferably exclusively, on measurements from the feed section, may be used to control only the feed rate and/or the liquid flow ratio at the upper end of the column. The interfaces of the upper level may be based on data which excludes measurements</p>
<p>The process is for the control of a partitioned or a thermally coupled distillation column for separating a feed mixture into three fractions, where the feed mixture is introduced into the middle of the column and a volatile fraction, a medium volatility fraction and a high boiling fraction are removed from the top, the middle, and the bottom of the column respectively.</p> <p>Measurements of concentration are obtained at specific points in the vicinity of the longitudinal partition of the column by direct or indirect measuring techniques, and the measurements are used to form control interfaces. The control strategy is organised into two levels of hierarchy, whereby the control interfaces of the second hierarchy do not influence those of the first.</p>	<p>EP 780147-A+</p>

EP 780147-A

from the feed section of the column. (JT)



(13pp2440)DwgNo.1/3)

\*\* 012 \*\*

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 780 147 A2

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:

25.06.1997 Patentblatt 1997/26

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>: B01D 3/14

(21) Anmeldenummer: 96120440.1

(22) Anmeldetag: 18.12.1996

(84) Benannte Vertragsstaaten:

BE CH DE FR GB LI NL

(30) Priorität: 19.12.1995 DE 19547450

(71) Anmelder: BASF AKTIENGESellschaft

67056 Ludwigshafen (DE)

(72) Erfinder:

• Kaibel, Gerd, Dr.

68623 Lampertheim (DE)

• Stroezel, Manfred

68549 Ilvesheim (DE)

(74) Vertreter: Kinzebach, Werner, Dr. et al

Patent Attorneys,

Reitstötter, Kinzebach & Partner,

Sternwartstrasse 4

81679 München (DE)

### (54) Verfahren zur Regelung einer Trennwandkolonne oder einer thermisch gekoppelten Destillationskolonne

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Regelung einer Trennwandkolonne oder einer thermisch gekoppelten Destillationskolonne zum Auftrennen eines Zulaufgemisches in drei Fraktionen (A,B,C), bei dem man das Zulaufgemisch an einer Zulaufstelle (7) im mittleren Bereich der Kolonne zuführt und eine Leichtsiederfraktion (A) am Kolonnenkopf, eine Mittelsiederfraktion (B) im mittleren Bereich der Kolonne und eine Hochsiederfraktion (C) am unteren Ende der Kolonne entnimmt, wobei man durch Konzentrationsmessungen an bestimmten Stellen im Bereich der Längsunterteilung (8) der Kolonne Regelungseingriffe zur Regelung der Kolonne bildet und die Regelungsstrategie in zwei Hierarchieebenen gliedert, wobei die Stelleingriffe der zweiten Hierarchieebene die Regelungseingriffe der ersten Hierarchieebene nicht beeinflussen.

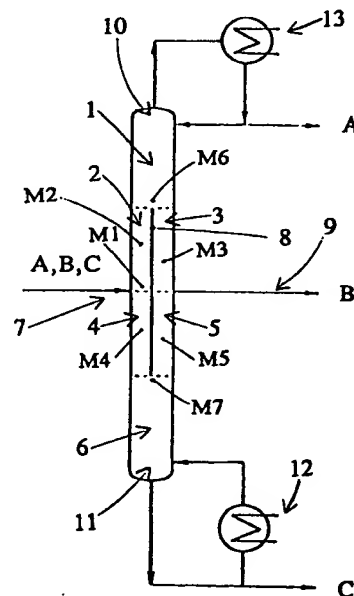


Fig. 1

0780147 A2

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Regelung einer Trennwandkolonne oder einer thermisch gekoppelten Kolonne zum Auftrennen eines Zulaufgemisches in drei Fraktionen, bei dem man das Zulaufgemisch in einem mittleren Bereich der Kolonne zuführt und eine Leichtsiederfraktion am Kolonnenkopf, eine Mittelsiederfraktion im mittleren Bereich der Kolonne und eine Hochsiederfraktion am unteren Ende der Kolonne entnimmt.

Destillationsverfahren stellen die wichtigsten Trennverfahren in der chemischen und Erdöl-verarbeitenden Industrie dar. Neue Destillationskolonnen, die einfacher aufgebaut sind und einen geringeren Energieverbrauch aufweisen, sind daher von entscheidender wirtschaftlicher Bedeutung. Dies wird vor allem durch die Tatsache verdeutlicht, daß etwa ein Drittel des gesamten Energiebedarfs dieser Industriezweige auf die destillative Stofftrennung entfällt.

Herkömmlicherweise werden Stoffgemische mit mehr als zwei Komponenten durch Hintereinanderschalten einzelner Destillationskolonnen getrennt. Im Fall von drei, bei unterschiedlichen Temperaturen siedenden Komponenten kann beispielsweise das leichtest siedende Produkt im Kopf der ersten Kolonne als Reinprodukt entnommen werden, während die beiden bei höheren Temperaturen siedenden Komponenten aus dem Sumpf der ersten Kolonne in eine zweite Kolonne geführt werden, wobei dort das bei einer mittleren Temperatur siedende Produkt aus dem Kopf und das bei der höchsten Temperatur siedende Produkt aus dem Sumpf der Kolonne entnommen werden kann.

Aus energetischer Sicht ist dieses Verfahren aber unbefriedigend, denn die beiden höher siedenden Komponenten werden zwar schon in der ersten Kolonne teilweise getrennt, bei Zuführung in die zweite Kolonne tritt aber wieder eine Vermischung ein und die beiden Komponenten müssen unter zusätzlicher Energiezufuhr erneut getrennt werden.

Dieser Nachteil wird bei Destillationskolonnen vermieden, die in ihrem mittleren Bereich Seitenabzugsstellen für eine oder mehrere mittelsiedende Komponenten aufweisen. Die Seitenfraktionen sind jedoch je nach ihrer Position entlang der Kolonne mit der hochsiedenden bzw. leichtsiedenden Komponente verunreinigt, so daß befriedigende Reinheiten der Seitenfraktionen beispielsweise nur über ein höheres Rücklaufverhältnis und eine höhere Heizleistung, folglich also nur mit höherem Energieverbrauch erzielt werden können.

Eine entscheidende Verbesserung wird mit den sogenannten Trennwandkolonnen und den hinsichtlich des Energieverbrauchs gleichwertigen thermisch gekoppelten Destillationskolonnen erreicht. Eine Trennwandkolonne ist beispielsweise in der europäischen Patentanmeldung EP-A-0 122 367 beschrieben. Weitere Beschreibungen des Aufbaus und der Funktion von Trennwandkolonnen und thermisch gekoppelten Kolonnen finden sich beispielsweise in Chem.-Ing.Techn. 61(1989) Nr. 2, S. 104-112 und in Gas Separation and Purification, 4(1990) Nr. 2, S. 109-114. Die Trennwandkolonne oder die thermisch gekoppelte Destillationskolonne erlaubt es, unter geringerem Energieaufwand ein Zulaufgemisch aus drei oder mehr Komponenten in praktisch reine Einzelkomponenten zu trennen. Obwohl in der Energiebilanz gleichwertig, weist die Trennwandkolonne gegenüber der thermisch gekoppelten Kolonne zusätzlich den Vorteil auf, daß hier anstelle zweier separater Destillationskolonnen eine einzige Kolonne eingesetzt wird, die im mittleren Bereich, oberhalb und unterhalb der Zulaufstelle, eine Trennwand zur Verhinderung einer Quervermischung von Flüssigkeits- und Dampfströmen aufweist.

Trotz dieser wirtschaftlichen Vorteile werden Trennwandkolonnen industriell noch nicht in großem Umfang eingesetzt. Ursache hierfür ist die äußerst komplexe Kolonnenregelung, die von zahlreichen, miteinander gekoppelten Größen beeinflusst wird. Wie beispielsweise in TranslChemE 70(1992) Part A, S. 118-132 beschrieben, sind bei der Auslegung von Trennwandkolonnen insgesamt 11 Parameter aufeinander abzustimmen.

Ziel jeder Kolonnenregelung ist es, einen Betrieb der Kolonne zu gewährleisten, bei dem die geforderten Produktreinheiten der einzelnen Fraktionen unter energieoptimalen Bedingungen erreicht werden.

Trennverfahren in herkömmlichen Destillationskolonnen, beispielsweise in den bekannten Seitenabzugskolonnen, werden häufig mathematisch modelliert, wobei das mathematische Modell Aussagen über den optimalen Wertebereich der Betriebsparameter und auch Hinweise zur Regelung dieser Parameter beim Auftreten von Störungen liefert. Für manche Trennprozesse ist jedoch noch kein befriedigendes Simulationsmodell bekannt. In diesem Fall muß auf eine experimentelle Optimierung der Anlage im Betrieb zurückgegriffen werden. Auf schwankende Betriebsbedingungen kann mit diesem Verfahren nur schwer reagiert werden.

Die mathematische Modellierung der Destillation eines mehrkomponentigen Gemisches in einer Trennwandkolonne ist noch komplizierter. Bisher bekanntgewordene Modellrechnungen zum Betrieb von Trennwandkolonnen und thermisch gekoppelten Destillationskolonnen verdeutlichen eher die möglicherweise auftretenden Instabilitätsprobleme beim Betrieb als daß sie praktisch verwertbare Hinweise zum optimalen Regeln der Kolonne geben. Eine Beschreibung der auftretenden Instabilitätsprobleme findet sich in Process Engineering, Februar 1993, S. 33-34. Hier werden laufende Forschungsarbeiten beschrieben, die dynamische Simulationsprogramme benutzen. Für die Praxis umsetzbare Ergebnisse werden jedoch nicht mitgeteilt.

In Ind.Eng.Chem.Res. 34(1995), S. 2094-2103 wird über Forschungsergebnisse der Universität Trondheim zur Regelung dieser Kolonnensysteme berichtet. Es wurde geschildert, daß vor allem in den Fällen, in denen hohe Produktreinheiten angestrebt werden, gravierende Probleme zu erwarten sind. Teilweise ergeben sich für ein gegebenes Flüssigkeitsaufteilungsverhältnis am oberen Ende der Längsunterteilung mehrere mögliche Lösungen, teilweise existieren sogenannten "Löcher" im Betriebsbereich, für die es nicht möglich ist, die gewünschten Produktspezifikationen zu

erhalten. Als Lösungsvorschlag wird eine umfassende mathematische Analyse angegeben, die für jeden Einzelfall durchzuführen ist. Allgemein anwendbare Hinweise finden sich nicht.

In der deutschen Patentanmeldung DE-A-35 22 234 ist ein Verfahren zum energieoptimalen Betreiben einer Trennwandkolonne beschrieben. DE-A-35 22 234 geht von der Tatsache aus, daß ein wirksamer und energiegünstiger Betrieb der Trennwandkolonne nur möglich ist, wenn die Aufteilung des Brüdenstroms am unteren Ende der Längsunterteilung und die Aufteilung des Flüssigkeitsstroms am oberen Ende der Längsunterteilung richtig erfolgt. Insbesondere dürfen aus dem Zulaufteil nach oben nur Leichtsieder und Mittelsieder und nach unten nur Hochsieder und Mittelsieder austreten. Beim Betrieb mit einem falsch eingestellten Aufteilungsverhältnis können die erforderlichen Reinheiten der Fraktionen nur über eine höhere Heizenergie erreicht werden. Zur Einhaltung dieser Bedingung wird in der DE-A-35 22 234 vorgeschlagen, im Bereich der Längsunterteilung der Kolonne vier Temperaturmeßwerte zu bestimmen, die als Regelgrößen die Aufteilung der Flüssigkeits- und Brüdenströme am oberen bzw. unteren Ende der Längsunterteilung beeinflussen. Dabei werden je zwei Meßwerte im oberen bzw. unteren Bereich der Trennwand gemessen, wobei man die entsprechenden Temperaturmeßstellen auf gleicher Höhe der Kolonne im Zulaufteil bzw. im Entnahmeteil anordnet. Dabei wird so geregelt, daß die Temperatur im Zulaufteil an der oberen Meßstelle stets niedriger oder höchstens gleich hoch ist wie im Entnahmeteil an der oberen Meßstelle und die Temperatur im Zulaufteil an der unteren Meßstelle höher oder mindestens genauso hoch ist wie an der entsprechenden Meßstelle im Entnahmeteil.

Mit dem in der DE-A-35 22 234 beschriebenen Regelungsverfahren ist unter bestimmten Bedingungen ein energieoptimaler Betrieb der Trennwandkolonne möglich. Für eine allgemeine Brauchbarkeit weist das Verfahren jedoch gewisse Nachteile auf. So ist die Bedingung, daß jeweils zwei Temperaturmeßstellen im Zulauf- und Entnahmeteil auf gleicher Höhe angeordnet sind, dann nicht realisierbar, wenn Zulauf- und Entnahmeteil, wie in der industriellen Praxis häufig erforderlich, verschieden große Trennstufenzahlen aufweisen. Die Vorschriften der DE-A-35 22 234 können in diesen Fällen nicht einfach durch proportionale Übertragung auf die unterschiedlichen Trennstufenzahlen angepaßt werden. Auch das geforderte Temperaturkriterium ist nicht allgemeingültig und liefert nur in bestimmten Fällen die gewünschte Lösung mit minimalem Energiebedarf. Ein weiterer Nachteil des Regelungsverfahrens der DE-A-35 22 234 beruht auf der ausschließlichen Verwendung von Temperaturwerten. Wenn Stoffe getrennt werden, deren Siedepunkte eng beieinanderliegen, treten im mittleren Bereich der Kolonne Temperaturdifferenzen von weniger als 1°C auf, die mit dem technisch üblichen Meßgeräten nicht mit ausreichender Zuverlässigkeit erfaßbar sind.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, das aus DE-A-35 22 234 bekannte Regelungsverfahren so weiterzubilden, daß ein für die verschiedenen in der betrieblichen Praxis vorkommenden Anwendungsfälle allgemein verwendbares Regelungsverfahren zum energieoptimalen Betrieb einer Trennwandkolonne bereitgestellt wird.

Gelöst wird diese Aufgabe durch ein Verfahren zur Regelung einer Trennwandkolonne gemäß den Merkmalen des Hauptanspruchs.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren werden Meßwerte für Konzentrationswerte an bestimmten Stellen im Bereich der Längsunterteilung der Kolonne mittels direkter oder indirekter Meßmethoden gewonnen. Mit diesen Meßwerten bildet man die Regelungseingriffe zur Regelung der Kolonne. Die Regelungsstrategie wird in zwei Hierarchieebenen gegliedert, wobei die Stelleingriffe der zweiten Hierarchieebene die Regelungseingriffe der ersten Hierarchieebene nicht beeinflussen. Es wurde nun gefunden, daß eine solche Auftrennung der Regelungsstrategie in zwei entkoppelte Hierarchieebenen möglich ist und die Regelungsaufgabe damit beträchtlich vereinfacht wird.

Eine bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Regelungsverfahrens ist Gegenstand der Unteransprüche.

Hier wird mit den Stelleingriffen der ersten übergeordneten Hierarchieebene in an sich bekannter Weise die Abzugsbilanz des Kopf-, Seiten- und Sumpfproduktes beeinflußt. Mit den Stelleingriffen der zweiten untergeordneten Hierarchieebene beeinflußt man die Aufgabemenge oder das Aufteilungsverhältnis des Flüssigkeitsstroms am oberen Ende und/oder die Aufgabemenge oder das Aufteilungsverhältnis des Brüdenstroms am unteren Ende des längsunterteilten Bereichs der Kolonne sowie gegebenenfalls die Heizleistung und/oder die Zulaufmenge. Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht es insbesondere, mit den Stelleingriffen der zweiten Hierarchieebene den Konzentrationsverlauf entlang der Kolonne vorteilhaft zu regulieren, ohne daß die herkömmlichen Regelungsstrategien der ersten Hierarchieebene beeinflußt werden. So wird ermöglicht, daß ein für die jeweilige Trennaufgabe optimales Konzentrationsprofil in der Kolonne eingehalten wird.

Da die Aufteilung des Brüdenstroms am unteren Ende des längsunterteilten Bereichs der Kolonne einen wesentlich geringeren Einfluß auf das gewünschte Konzentrationsprofil in der Kolonne hat als das Aufteilungsverhältnis des Flüssigkeitsstroms am oberen Ende der Trennwand, wird bei einer vereinfachten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens mit den Stelleingriffen der zweiten Hierarchieebene nur die Aufgabemenge oder das Aufteilungsverhältnis des Flüssigkeitsstroms am oberen Ende der Trennwand geregelt. Für den Brüdenstrom kann man in diesem Fall beispielsweise ein Aufteilungsverhältnis von 1 : 1 auf Zulauf- und Entnahmeteil (etwa durch Halbierung der Gesamtquerschnittsfläche) vorsehen.

Es erweist sich als vorteilhaft, daß man zur Bildung der Stelleingriffe der ersten Hierarchieebene keine Meßwerte aus dem Zulaufteil der Trennwandkolonne verwendet. Insbesondere werden zur Bildung von Stelleingriffen, die die Entnahme des Seitenproduktes beeinflussen, bevorzugt lediglich Meßwerte aus dem Entnahmeteil der Kolonne verwen-

det. Dagegen werden die Stelleingriffe der zweiten Hierarchieebene überwiegend, bevorzugt sogar ausschließlich, aus Meßwerten aus dem Zulaufteil gebildet.

Um gut nutzbare Meßwerte zu erhalten, empfiehlt es sich, Meßwerte M1 im Bereich der Zulaufstelle zu bestimmen, wobei sich die Meßstelle bevorzugt in einer Höhe von 0,2 bis 3 theoretischen Trennstufen oberhalb der Zulaufstelle befindet. Meßwerte M2 werden an einer höheren Stelle im Zulaufteil bestimmt, wobei die Meßstelle bevorzugt so gewählt wird, daß die Meßwertdifferenz zwischen M1 und M2 etwa 1/5 bis 4/5, bevorzugt 1/2 der Meßwertdifferenz im ausgeregelten Zustand zwischen der Zulaufstelle und dem oberen Ende des Zulaufteils entspricht. Zur Bestimmung der Lage dieser Meßstelle geht man demnach von dem gewünschten Konzentrationsprofil aus und ermittelt die Stelle der Kolonne zwischen Zulauf und oberem Ende der Trennwand, an der die theoretisch erwartete Konzentration möglichst mitten zwischen der Konzentration an der Zulaufstelle und der Konzentration am oberen Ende der Trennwand liegt. Bei linearem Konzentrationsverlauf wäre dies also auf halber Höhe zwischen Zulaufstelle und oberem Ende der Trennwand.

Eine weitere Meßstelle M4 kann im unteren Bereich des Zulaufteils vorgesehen sein, wobei die Lage der Meßstelle wieder so gewählt ist, daß die Meßwertdifferenz zwischen M1 und M4 etwa 1/5 bis 4/5, bevorzugt 1/2 der Meßwertdifferenz im ausgeregelten Zustand zwischen der Zulaufstelle und dem unteren Ende des Zulaufbereichs entspricht.

Bevorzugt befindet sich eine weitere Meßstelle M6 im Bereich des oberen Endes der Trennwand, bevorzugt in einer Höhe von 0,2 bis 3 theoretischen Trennstufen oberhalb der Längsunterteilung der Kolonne. Meßwerte M3 werden an einer Stelle im oberen Entnahmeteil bestimmt, die so gewählt ist, daß die Meßwertdifferenz zwischen M6 und M3 möglichst etwa 1/5 bis 4/5, bevorzugt 1/2 der Meßwertdifferenz im ausgeregelten Zustand zwischen der Seitenentnahmestelle und dem oberen Ende der Längsunterteilung entspricht.

Es kann ein weiteres Paar von Meßstellen vorgesehen werden, wobei Meßwerte M7 am unteren Ende der Längsunterteilung, bevorzugt in einem Bereich von 0,2 bis 3 theoretischen Trennstufen unterhalb der Längsunterteilung bestimmt werden und Meßwerte M5 in einem unteren Bereich des Entnahmeteils bestimmt, wobei die Lage der Meßstelle so gewählt ist, daß die Meßwertdifferenz zwischen M7 und M5 etwa 1/5 bis 4/5, bevorzugt 1/2 der Meßwertdifferenz im ausgeregelten Zustand zwischen der Seitenentnahmestelle und dem unteren Ende der Längsunterteilung entspricht.

Auch für die Auswahl der Meßstellen M3, M4 und M4 kann die, für M2 beschriebene Vorgehensweise analog angewendet werden.

Die Stelleingriffe der zweiten Hierarchieebene werden nun bevorzugt über eine Vorschrift geregelt, bei der man eine oder mehrere Differenzen der Meßwerte (M2-M1), (M4-M1), (M3-M6) und (M5-M7) mit individuellen Regelverstärkungen multipliziert und anschließend additiv verknüpft. Eine bestimmte Meßwertdifferenz  $M_i - M_j$  kann gleichzeitig für mehrere Stelleingriffe genutzt werden. Es ist jedoch auch möglich, mehrere Meßfühler zu benutzen, wobei sich ihre Lage geringfügig unterscheiden kann.

Eine entsprechende Regelungsvorschrift kann für die Regelung der Heizleistung und/oder der Zulaufmenge des zu trennenden Produktes aufgestellt werden.

Sollte bei den obengenannten Meßwertdifferenzen ein Meßwert eine untergeordnete Rolle spielen, also beispielsweise weniger als 20% des Differenzwertes ausmachen, kann auch statt der Meßwertdifferenz den dominierenden Meßwert allein zur Bildung der Stellgröße herangezogen werden.

Die Regelungsverstärkungen, d.h. die Gewichtungsfaktoren der einzelnen Meßwertdifferenzen werden zunächst umgekehrt proportional zu den jeweiligen mittleren Meßwertdifferenzen gewählt. In Betrieb werden die Regelverstärkungen nach an sich bekannten Regeln optimiert. Dabei werden die zunächst relativ niedrigen Reglerverstärkungen allmählich erhöht, bis eine möglichst hohe Empfindlichkeit bei noch ausreichender Stabilität erreicht ist.

In der ersten Hierarchieebene wird beispielsweise die Kopfabzugsmenge oder die Rücklaufmenge der Flüssigkeit am Kolonnenkopf oder das Rücklaufverhältnis der Flüssigkeit am Kolonnenkopf über ein oder mehrere Meßwerte aus dem oberen Teil der Trennwandkolonne gesteuert. Dies ist für die Stabilität der Regelung vor allem deshalb sinnvoll, weil bei den Leichtsiederkomponenten häufig besonders große verwertbare Temperaturdifferenzen vorliegen. Bei nur kleinen Kopfabzugsmengen, die bezogen auf die Zulaufmenge beispielsweise weniger als 5% betragen, ist die Rücklaufmenge als Stelleingriff besonders bevorzugt.

Die Seitenentnahme erfolgt bevorzugt in flüssiger Form, wobei ein oder mehrere Meßwerte aus dem Entnahmeteil der Trennwandkolonne zur Bildung der Regeleingriffe herangezogen werden.

Die Standhaltung im Verdampferkreislauf am unteren Ende der Trennwandkolonne kann bei einer relativ hohen Sumpfabzugsmenge, bevorzugt bei mehr als 20%, bezogen auf die Zulaufmenge, über die Entnahme des Sumpfabzugsproduktes selbst gesteuert werden. Ist aber die Sumpfabzugsmenge gering, beispielsweise geringer als 10% der Zulaufmenge, und beträgt die Seitenentnahmemenge beispielsweise mehr als 70% der Zulaufmenge, kann die Standhaltung im Verdampferkreislauf über die Entnahme des Seitenproduktes gesteuert werden und die Sumpfentnahmemenge kann über ein oder mehrere Meßwerte aus dem Entnahmeteil und/oder dem unteren Ende der Trennwandkolonne gesteuert werden.

Erste Erfahrungen zeigen, daß die Regelung der Stelleingriffe der ersten und der zweiten Hierarchieebene mit reinen Proportionalreglern besonders stabil möglich ist. Für die Stelleingriffe der ersten Hierarchieebene können auch die

in der herkömmlichen Kolonnenregelung überwiegend verwendeten PI- oder PID-Regler eingesetzt werden.

Die bei dem erfindungsgemäßen Verfahren notwendigen Konzentrationsmeßwerte können beispielsweise durch gaschromatographische Messungen oder andere Konzentrationsmessungen bestimmt werden. Derartige Verfahren sind aber teuer.

5 Es ist jedoch bekannt, daß in vielen Fällen die Konzentrationen entlang der Kolonne mit ausreichender Signifikanz mit den dort herrschenden Temperaturen korreliert werden können. Ein wesentlich preisgünstigeres erfindungsgemäßes Verfahren kann daher realisiert werden, wenn anstelle von Konzentrationsmessungen Temperaturmessungen durchgeführt werden. Falls keine ausreichend signifikanten Temperaturmeßwerte zur Verfügung stehen, beispielsweise infolge geringer Siedepunktdifferenzen der zu trennenden Stoffe, können alternative Meßwerte eingesetzt werden, beispielsweise sind auch Messungen des Brechungsindex oder Absorptionsmessungen denkbar.

10 Da die Temperaturmessung mit Abstand die preiswerteste Meßmethode ist, kann beispielsweise auch vorgesehen werden, daß in den Bereichen der Kolonne, in denen noch verwertbare Temperaturwerte vorliegen, eine Temperaturmessung durchgeführt wird, während in anderen Kolonnenbereichen auf alternative Meßmethoden zurückgegriffen werden muß. Bestimmend für die auftretenden Temperaturwerte in der Kolonne sind die Mengenanteile an Leicht-, Mittel- und Schwersieder im Zulaufgemisch sowie die Reinheitsanforderungen an die einzelnen Fraktionen und die Siedepunktdifferenzen der jeweiligen Komponenten.

Bei Verwendung von Temperaturwerten für die Regelung der ersten Hierarchieebene ist es vorteilhaft, wenn der Differenzdruck längs der Kolonne konstant gehalten wird. Dies gilt speziell für Destillationen unter Vakuum, da sich hier Druckänderungen besonders stark auf die Temperaturwerte auswirken und die Regelung negativ beeinflussen. Es ist daher erwünscht, daß eine zeitlich möglichst konstante Zulaufmenge vorliegt, und der Energieeintrag und damit der Differenzdruck möglichst konstant gehalten wird.

Sollte dies jedoch nicht möglich sein, so kann in der oben beschriebenen Weise der Energieeintrag durch Regelung der Kolonnenbeheizung und/oder der Zulaufmenge beeinflusst werden.

25 Aus Gründen der höheren Meßgenauigkeit wird man Temperaturmessungen bevorzugt in der Flüssigphase durchführen. Im Fall von Konzentrationsmessungen werden bevorzugt ein oder mehrere charakteristische Hochsiederkomponenten im oberen Trennwandbereich des Zulaufteils und im unteren Trennwandbereich des Entnahmeteils bzw. Leichtsiederkomponenten im unteren Trennwandbereich des Zulaufteils und im oberen Trennwandbereich des Entnahmeteils der Kolonne gemessen.

30 Infolge des im Vergleich zu den konventionellen Seitenabzugskolonnen schwierigeren Regelungsverhaltens ist eine gute Stationarität der äußeren Betriebsbedingungen zu fordern. Der Druck am Kolonnenkopf sollte über eine Druckregelung auf  $\pm 5\%$ , bevorzugt  $\pm 1\%$ , bezogen auf den Absolutdruck am Kondensator oder nach den Kondensatoren am Kopf der Kolonne konstant gehalten werden, um Störeinflüsse auf die Meßwerte möglichst gering zu halten. Bei Arbeiten im Unterdruckbereich ist es vor allem wichtig, den Differenzdruck über die Kolonne über eine Ansteuerung der dem Verdampfer am Sumpf der Kolonne zugeführten Menge des Heizmediums auf  $\pm 10\%$ , bevorzugt  $\pm 2\%$ , bezogen auf den Absolutdruck, nach dem Kondensator oder nach den Kondensatoren am Kopf der Kolonne konstant zu halten.

Dies gilt insbesondere für den Fall hoher theoretischer Trennstufenzahlen und für Meßstellen, die in der Nähe des unteren Kolonnenendes liegen.

40 Auch die Enthalpie des Zulaufs sollte möglichst konstant gehalten werden. Mögliche Temperaturschwankungen des Zulaufs sollten um so geringer gehalten werden, je höher die Reinheitsanforderungen an die Mittelsiederfraktion, die als Seitenprodukt entnommen wird, gestellt werden. Bevorzugt wird die Temperatur des Zulaufgemisches auf  $\pm 3^\circ\text{C}$  konstant gehalten. Flüssig zulaufende Gemische werden bevorzugt, wobei die Temperatur des Gemisches in einem Bereich von  $5^\circ\text{C}$  um die Siedetemperatur des Zulaufgemisches bei dem Kolonnendruck an der Zulaufstelle liegen sollte.

45 Das erfindungsgemäße Verfahren zur Regelung von Trennwandkolonnen und thermisch gekoppelten Kolonnen ist auch bei verschiedenen hohen Trennstufenzahlen in den einzelnen Kolonnenteilen durchführbar.

Soweit für die Regelung der Stelleingriffe der zweiten Hierarchieebene Differenzen der Meßwerte genutzt werden, ist diese Regelung gegenüber unterschiedlichen Differenzdrücken infolge von Schwankungen der Heizleistung recht unempfindlich.

50 Mit dem erfindungsgemäßen Regelungsverfahren ist eine robuste Regelung der Trennwandkolonne oder der thermisch gekoppelten Kolonne möglich, ohne daß ein zusätzlicher Aufwand für spezielle dynamische Simulationen notwendig wäre.

Wie in der Destillationstechnik allgemein üblich, gibt es jedoch für jedes Destillationsproblem individuell optimierte Einzellösungen. Diese Optimierung wird über Erfahrungsregeln hinsichtlich der Einstellung von Regelverstärkungen, von Integral- und Differentialanteilen bei den einzelnen Reglern durchgeführt und erfolgt üblicherweise erst bei dem Betrieb der Produktionsanlage. Hierzu werden unterstützend auch statische und/oder dynamische Simulationsrechnungen durchgeführt, um einzelne Reglereinstellungen entweder vorab zu bestimmen oder bei laufendem Betrieb weiter zu optimieren. Diese Arbeitstechniken zur Feinoptimierung lassen sich auch bei der erfindungsgemäßen Regelung von Trennwandkolonnen und thermisch gekoppelten Kolonnen anwenden. Sie können gegebenenfalls zu Einzellösungen

gen führen, die nur einen Teil der beschriebenen Merkmale aufweisen und eventuell mit weniger Meßwerten auskommen. Insbesondere ist es für die rasche Einstellung des optimalen Betriebszustandes hilfreich, wenn man auf die Ergebnisse von stationären Simulationsrechnungen zurückgreifen kann, da sie die zu erwartenden Temperatur- und Konzentrationsverläufe in den einzelnen Kolonnenabschnitten zeigen.

Die Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens erfordert gewisse bauliche Voraussetzungen der Destillationskolonne. Dies betrifft insbesondere den obersten Trennwandbereich des Zulaufteils bzw. den untersten Trennwandbereich des Entnahmeteils, in denen besonders starke Schwankungen der Flüssigkeitsberieselungsdichte auftreten. In diesen Kolonnenabschnitten soll der Arbeitsbereich der Trennböden, d.h. der ohne Einbußen an Trennwirksamkeit mögliche Durchsatz, bzw. im Fall von Packungskolonnen der Arbeitsbereich der Packungen und insbesondere der Flüssigkeitsverteiler die Spanne von mindestens 1:3, bevorzugt aber 1:10, überdecken. Dabei bedeutet ein Arbeitsbereich von 1:3, daß eine entsprechend dimensionierte Kolonne Flüssigkeitsströme beispielsweise zwischen 1000 und 3000 l/h bewältigen kann. Eine minimale Flüssigkeitsberieselungsdichte muß durch regelungstechnische Maßnahmen sichergestellt sein. Bei Packungskolonnen sind im Bereich der Trennwand besonders hohe Anforderungen an die Verteilgüte der Flüssigkeitsverteiler zu stellen. Dabei ist die Verteilgüte in Richtung parallel zur Trennwand besonders wichtig. Um die gleichmäßige Flüssigkeitsverteilung in der Kolonne nicht durch den Ausgasungsvorgang zu beeinträchtigen, wird bei leicht überhitzten Zulaufgemischen vorteilhaft die Anbringung eines Ausdampfgefäßes vorgesehen. Leicht unterkühlte Zulaufgemische werden dagegen bevorzugt über den Ablaufschacht des über der Zulaufstelle angeordneten Flüssigkeitssammlers geführt und mit dieser Flüssigkeit vermischt.

Eine bevorzugte Anordnung der Meßstellen beim erfindungsgemäßen Verfahren wird in der beigefügten Zeichnung dargestellt.

Dabei zeigen

- Figur 1 die schematische Seitenansicht einer Trennwandkolonne mit den bevorzugten Meßstellen Mi;
- die Figuren 2 und 3 verschiedene Ausführungsformen von, zur Trennwandkolonne der Figur 1 energetisch äquivalenten, thermisch gekoppelten Destillationskolonnen.

Die Trennwandkolonne aus Figur 1 weist einen oberen Bereich 1 und einen unteren Bereich 6 auf. Im mittleren Bereich der Kolonne ist oberhalb und unterhalb der Zulaufstelle 7 eine Trennwand 8 angeordnet, die diesen Kolonnenbereich in einen Zulaufteil 2,4 und Entnahmeteil 3,5 trennt. Bei der in Figur 1 dargestellten speziellen Ausführungsform befindet sich der Seitenabzug 9 auf gleicher Höhe wie der Zulauf 7. An der Zulaufstelle 7 oder bevorzugt dicht darüber ist eine Meßstelle M1 angeordnet. Eine weitere Meßstelle M2 befindet sich etwa auf halber Höhe zwischen der Zulaufstelle 7 und dem oberen Ende der Trennwand 8. Eine Meßstelle M4 befindet sich im unteren Bereich 4 des Zulaufteils, etwa auf halber Höhe zwischen der Zulaufstelle 7 und unterem Ende der Trennwand 8. Im Entnahmeteil ist eine Meßstelle M3 im oberen Bereich 3 des Entnahmeteils und eine Meßstelle M5 im unteren Bereich 5 des Entnahmeteils angeordnet. Eine Meßstelle M6 ist etwas oberhalb der Trennwand 8 im oberen Bereich 1 der Kolonne und eine Meßstelle M7 etwas unterhalb der Trennwand 8 im unteren Bereich 6 der Trennwandkolonne angeordnet. Bei den Meßstellen können beispielsweise Widerstandsthermometer oder Thermoelemente angeordnet sein, die ihre Meßwerte auf elektrischem Weg zu einer (nicht dargestellten) Regelungseinheit übermitteln.

Bei dem in Figur 1 dargestellten Fall besteht das Zulaufgemisch aus drei Fraktionen A, B, C und wird der Kolonne an der Zulaufstelle 7 zugeführt. Idealerweise wird das Gemisch so aufgetrennt, daß aus dem unteren Bereich 4 des Zulaufteils nur die Komponenten B und C in die Bereiche 5 und 6 gelangen, während aus dem oberen Bereich 2 des Zulaufteils nur die Komponenten A und B in die Bereiche 1 und 3 der Kolonne gelangen. Die Leichtsiederfraktion A wird am Kolonnenkopf 10, die Mittelsiederfraktion B am Seitenabzug 9 im mittleren Bereich des Entnahmeteils 3,5 der Kolonne und die Hochsiederfraktion C im Sumpf 11 am unteren Ende der Kolonne entnommen.

Nicht dargestellt sind die Stellvorrichtungen selbst, wie z.B. Flüssigkeitsverteiler am oberen Ende der Trennwand. Schematisch sind lediglich eine Heizquelle 12 am Kolonnensumpf und ein Kondensator 13 am Kolonnenkopf dargestellt.

Das hier beschriebene Schema, insbesondere die Anordnung der Meßstellen, läßt sich selbstverständlich auch auf die energetisch äquivalente, thermisch gekoppelte Destillationskolonne übertragen. Mögliche Anordnungen der thermisch gekoppelten Destillationskolonne sind in den Figuren 2 und 3 dargestellt. Elemente dieser Kolonne die bereits aus der in Figur 1 dargestellten Trennwandkolonne bekannt sind, wurden mit denselben Bezugswerten bezeichnet. Die Lage der Meßstellen Mi ergibt sich dann analog aus der entsprechenden Anordnung in Figur 1.

Im folgenden wird nun ein Anwendungsbeispiel des erfindungsgemäßen Verfahrens detaillierter beschrieben:

Dreistoffgemische verschiedener Zusammensetzung aus n-Hexan, n-Heptan und n-Octan wurden bei Normaldruck getrennt. Der Destillationsaufbau bestand aus einer Füllkörperkolonne aus Glas mit einem Durchmesser von 70 mm. Als Füllkörper wurden Maschendrahringe verwendet. Die Kolonne umfaßte einen oberen gemeinsamen Teil mit 0,5 m Schütthöhe, einen längsunterteilten Bereich mit insgesamt 1,25 m Schütthöhe und einen unteren gemeinsamen Bereich mit 1,0 m Schütthöhe. Der längsunterteilte Bereich bestand aus einem Kolonnenschuß, in den eine 3 mm starke Glasplatte mittig eingeschoben und eingeschmolzen war. Im Zulaufteil und im Entnahmeteil betrug die Schütt-



höhe oberhalb der Zulauf- bzw. Entnahmestelle jeweils 0,5 m und unterhalb jeweils 0,75 m. Die Aufteilung der Flüssigkeit am Kolonnenkopf sowie oberhalb der Längsunterteilung wurde jeweils mit einem Schwenktrichter vorgenommen, der mit einem Elektromagneten angesteuert wurde. Die Gasaufteilung wurde nicht gezielt beeinflusst. Am Kolonnenkopf wurde der Brüden in einem mit Kühlwasser beaufschlagten Kondensator aus Glas kondensiert. Die Beheizung am Kolonnensumpf erfolgte elektrisch über zwei Heizkerzen. Zur Vermeidung von Wärmeverlusten wurden doppelwandige, evakuierte und verspiegelte Kolonnenschüsse eingesetzt. Zusätzlich wurden elektrisch beheizte Heizmanschetten angebracht, wobei die Beheizung so eingestellt wurde, daß die Temperatur der Heizmanschette mit der gemessenen Innentemperatur in der Kolonne möglichst gut übereinstimmte. Sowohl die Zulaufmenge als auch die Entnahmemenge an Kopf, Seite und Sumpf wurde über Waagen erfaßt. Die Analyse wurde gaschromatografisch durchgeführt.

Bei den Versuchen wurden nacheinander 5 verschiedene Zulaufgemische getrennt:

Konzentrationen(Massen-%)	Gemisch	1	2	3	4	5
n-Hexan		28,7	34,9	20,2	25,0	25,0
n-Heptan		33,3	30,4	37,3	50,0	25,0
n-Octan		38,0	34,7	42,5	25,0	50,0

Die Meßzeit betrug jeweils 1 h. Vor Beginn der Messung wurde die Kolonne bereits 1 h betrieben, um einen stationären Zustand zu erreichen. Die Zulaufmenge betrug jeweils 3 000 g/h.

Als Meßwerte wurden Temperaturmessungen benutzt. Die einzelnen Meßstellen wiesen innerhalb der Füllkörperschüttungen folgende Lagen auf:

M1: 5 cm oberhalb der Zulaufstelle

M2: 25 cm oberhalb der Zulaufstelle

M4: 25 cm unterhalb der Zulaufstelle

M8: 15 cm oberhalb des oberen Endes der Trennwand

M9: 60 cm oberhalb des unteren Kolonnenendes.

Die Stelleingriffe der 1. Hierarchieebene waren (Mengen in g/h; Temperaturmessungen in °C):

- das Rücklaufverhältnis mit der Regelvorschrift

$$v = 3,65 + 1,4 \times (M8 - 72,5^{\circ}\text{C})$$

- die Sumpfabzugsmenge mit der Regelvorschrift

$$m_{\text{Sumpf}} = 1000 + 77 \times (M9 - 113,2^{\circ}\text{C})$$

- die Seitenabzugsmenge wurde über die Standhaltung im Verdampfer gesteuert.

Die Stelleingriffe der 2. Hierarchieebene waren (Heizleistung in Watt; Temperaturmessungen in °C):

- das Aufteilungsverhältnis der Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand mit der Regelvorschrift

$$m_{\text{Zulaufteil}}/m_{\text{Entnahmeteil}} = 0,2 + 0,023 \times (M4 - M1) + 0,02 \times (M1 - M2)$$

- die Heizleistung im Verdampfer mit der Regelvorschrift

$$Q = 560 - 5 \times (M4 - M1) - 18 \times (M1 - M2).$$

Die Regler waren jeweils als Proportionalregler ausgebildet. Die jeweiligen Regelvorschriften wurden durch eine mathematische Simulation vorab ermittelt und geeignete Stellen für die Temperaturmessungen ausgewählt.

Am Ende der 5-stündigen Versuchszeit konnte die n-Hexanfraktion mit einer Reinheit von 99,8 %, die n-Heptanfraktion mit einer Reinheit von 99,7 % und die n-Octanfraktion mit einer Reinheit von 99,8 % entnommen werden.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Regelung einer Trennwandkolonne oder einer thermisch gekoppelten Kolonne zum Auftrennen eines Zulaufgemisches in drei Fraktionen, bei dem man das Zulaufgemisch in einem mittleren Bereich der Kolonne zuführt und eine Leichtsiederfraktion am Kolonnenkopf, eine Mittelsiederfraktion im mittleren Bereich der Kolonne und eine Hochsiederfraktion am unteren Ende der Kolonne entnimmt, dadurch gekennzeichnet, daß man
  - Meßwerte für Konzentrationswerte an bestimmten Stellen im Bereich der Längsunterteilung der Kolonne mittels direkter oder indirekter Meßmethoden gewinnt,
  - aus diesen Meßwerten Regelungseingriffe zur Regelung der Kolonne bildet,
  - die Regelungsstrategie in zwei Hierarchieebenen gliedert, wobei die Stelleingriffe der zweiten Hierarchieebene die Regelungseingriffe der ersten Hierarchieebene nicht beeinflussen.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man
  - mit den Stelleingriffen der ersten übergeordneten Hierarchieebene die Abzugsbilanz des Kopf-, Seiten- und Sumpfproduktes beeinflusst,
  - mit den Stelleingriffen der zweiten untergeordneten Hierarchieebene die Aufgabemenge und/oder die Heizleistung und/oder das Aufteilungsverhältnis des Flüssigkeitsstroms am oberen Ende und/oder das Aufteilungsverhältnis des Brüdenstroms am unteren Ende des längsunterteilten Bereichs der Kolonne beeinflusst.
3. Verfahren gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man mit den Stelleingriffen der zweiten Hierarchieebene nur die Aufgabemenge und/oder das Aufteilungsverhältnis des Flüssigkeitsstroms am oberen Ende des längsunterteilten Bereichs der Trennwandkolonne regelt.
4. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man die Stelleingriffe der ersten Hierarchieebene ohne Meßwerte aus dem Zulaufteil (2,4) der Kolonne bildet.
5. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man die Stelleingriffe der zweiten Hierarchieebene überwiegend, bevorzugt ausschließlich, aus Meßwerten aus dem Zulaufteil (2,4) bildet.
6. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man
  - Meßwerte M1 im Bereich der Zulaufstelle, bevorzugt im Teil (2) in einer Höhe von 0,2 bis 3 theoretischen Trennstufen oberhalb der Zulaufstelle, bestimmt, und Meßwerte M2 im Teil (2) bestimmt, wobei man die Lage der Meßstelle so wählt, daß die Meßwertdifferenz zwischen M1 und M2 etwa 1/5 bis 4/5, bevorzugt 1/2 der Meßwertdifferenz im ausgeregelten Zustand zwischen der Zulaufstelle und dem oberen Ende des Teils (2) entspricht; und/oder
  - Meßwerte M4 im Teil (4) bestimmt, wobei man die Lage der Meßstelle so wählt, daß die Meßwertdifferenz zwischen M1 und M4 etwa 1/5 bis 4/5, bevorzugt 1/2 der Meßwertdifferenz im ausgeregelten Zustand zwischen der Zulaufstelle und dem unteren Ende des Teils (4) entspricht; und/oder
  - Meßwerte M6 im Bereich des oberen Endes der Längsunterteilung, bevorzugt im Teil (1) in einer Höhe von 0,2 bis 3 theoretischen Trennstufen oberhalb der Längsunterteilung, bestimmt, und Meßwerte M3 im Teil (3) bestimmt, wobei man die Lage der Meßstelle so wählt, daß die Meßwertdifferenz zwischen M6 und M3 etwa 1/5 bis 4/5, bevorzugt 1/2 der Meßwertdifferenz im ausgeregelten Zustand zwischen der Seitenentnahmestelle und dem oberen Ende der Längsunterteilung entspricht; und/oder
  - Meßwerte M7 am unteren Ende der Längsunterteilung, bevorzugt im Teil (6) in einer Höhe von 0,2 bis 3 theoretischen Trennstufen unterhalb der Längsunterteilung, bestimmt, und Meßwerte M5 im Teil (5) bestimmt, wobei man die Lage der Meßstelle so wählt, daß die Meßwertdifferenz zwischen M7 und M5 etwa 1/5 bis 4/5, bevorzugt 1/2 der Meßwertdifferenz im ausgeregelten Zustand zwischen der Seitenentnahmestelle und dem unteren Ende der Längsunterteilung entspricht.
7. Verfahren gemäß Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß man die Stelleingriffe der zweiten Hierarchieebene über eine Vorschrift regelt, die durch eine, bevorzugt additive Verknüpfung einer Kombination mehrerer mit individuellen Regelverstärkungen Ki gewichteten Meßwertdifferenzen aus

$$K2 \times (M2 - M1),$$

$$K4 \times (M4 - M1),$$

$$K3 \times (M3 - M6),$$

$$K4 \times (M5 - M7)$$

gebildet wird, wobei die Regelverstärkungen  $K_i$  im Betrieb nach an sich bekannten Regeln optimiert werden.

8. Verfahren gemäß Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß man die Heizleistung und/oder die Zulaufmenge des zu trennenden Produktes über eine Vorschrift regelt, die durch eine, bevorzugt additive Verknüpfung einer Kombination mehrerer mit individuellen Regelverstärkungen  $K_i'$  gewichteten Meßwertdifferenzen aus

$$K2' \times (M2 - M1),$$

$$K4' \times (M4 - M1),$$

$$K3' \times (M3 - M6),$$

$$K4' \times (M5 - M7)$$

gebildet wird, wobei die Regelverstärkungen  $K_i'$  im Betrieb nach an sich bekannten Regeln optimiert werden.

9. Verfahren gemäß Anspruch 7 oder 8, bei dem Meßwertdifferenzen  $M_i - M_j$  zu mehr als 70%, bevorzugt mehr als 80% nur von einem Meßwert bestimmt werden, dadurch gekennzeichnet, daß man in diesen Fällen nur den Meßwert, der den überwiegenden Beitrag liefert, zur Bildung der Stellgröße heranzieht.

10. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 7 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß man Regelverstärkungen  $K_i$  bzw.  $K_i'$  verwendet, die umgekehrt proportional zu den jeweiligen mittleren Meßwertdifferenzen sind.

11. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß man die Kopfabzugsmenge oder die Rücklaufmenge der Flüssigkeit am Kolonnenkopf oder das Rücklaufverhältnis der Flüssigkeit am Kolonnenkopf über ein oder mehrere Meßwerte aus dem oberen Teil (1) der Trennwandkolonne gesteuert wird.

12. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß man die Seitenentnahmemenge, die bevorzugt in flüssiger Form entnommen wird, über einen oder mehrere Meßwerte aus dem Entnahmeteil (3,5) der Trennwandkolonne steuert.

13. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12, bei dem die Sumpfabzugsmenge mehr als 10%, bevorzugt mehr als 20% der Zulaufmenge beträgt, dadurch gekennzeichnet, daß man die Standhaltung im Verdampferkreislauf am unteren Ende der Trennwandkolonne über die Entnahmemenge des Sumpfabzugsproduktes steuert.

14. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12, bei dem die Sumpfabzugsmenge weniger als 20%, bevorzugt weniger als 10% der Zulaufmenge beträgt, und die Seitenentnahmemenge mehr als 50%, bevorzugt mehr als 70% der Zulaufmenge beträgt, dadurch gekennzeichnet, daß man die Standhaltung im Verdampferkreislauf am unteren Ende der Trennwandkolonne über die Entnahme des Seitenproduktes steuert und die Sumpfentnahmemenge über ein oder mehrere Meßwerte aus dem Entnahmeteil (3,5) und/oder dem unteren Teil (6) der Trennwandkolonne steuert.

15. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 11 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß man mit Proportionalreglern regelt.

16. Verfahren gemäß einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man die Konzentrationsmeßwerte in der Trennwandkolonne durch Temperaturmessungen, Brechungsindexmessungen, Absorptionsmessungen oder gaschromatographische Messungen bestimmt.

17. Verfahren gemäß einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man den Druck am Kopf der Kolonne über eine Druckregelung auf  $\pm 5\%$ , bevorzugt  $\pm 1\%$  des Absolutdrucks nach dem Kondensator oder nach den Kondensatoren am Kopf der Kolonne konstant hält.

18. Verfahren gemäß einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man den Differenzdruck über die Kolonne über eine Ansteuerung der dem Verdampfer am Sumpf der Kolonne zugeführten Menge des Heizme-

diums auf  $\pm 10\%$ , bevorzugt  $\pm 2\%$  des Absolutdrucks nach dem Kondensator oder nach den Kondensatoren am Kopf der Kolonne konstant hält.

- 5 19. Verfahren gemäß einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man die Temperatur des flüssigen und/oder dampfförmigen, bevorzugt flüssigen Zulaufgemisches durch Beheizen oder Kühlen in einem engen Temperaturbereich, bevorzugt um  $\pm 3^{\circ}\text{C}$  konstant hält, wobei die zulaufende Flüssigkeit bei gepackten Kolonnen über den Ablaufschacht des Flüssigkeitssammlers leitet und im Fall eines überhitzten Zulaufgemischs ein Ausdampfgefäß vorschaltet.
- 10 20. Trennwandkolonne oder thermisch gekoppelte Kolonne zur Durchführung des Verfahrens gemäß einem der Ansprüche 1 bis 19, welche ein Zulaufteil (2,4), ein Entnahmeteil (3,5), einen oberen Kolonnenbereich (1) und einen unteren Kolonnenbereich (6) aufweist, wobei Meßstellen (M1,M2,M3,M4,M5,M6,M7) zur Bestimmung der Konzentration von Komponenten (A,B,C) eines Stoffgemisches in der Kolonne vorgesehen sind, dadurch gekennzeichnet, daß die Meßstellen (M1,M2,M3,M4,M5,M6,M7) wie in Anspruch 6 definiert angeordnet sind.
- 15 21. Trennwandkolonne oder thermisch gekoppelte Kolonne gemäß Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, daß die Kolonne Trennböden bzw. Packungen und Flüssigkeitsverteiler aufweist, deren Arbeitsbereich größer als 1:3, ist und insbesondere im oberen Bereich (2) des Zulaufteils und im unteren Bereich (5) des Entnahmeteils etwa 1:10 beträgt.

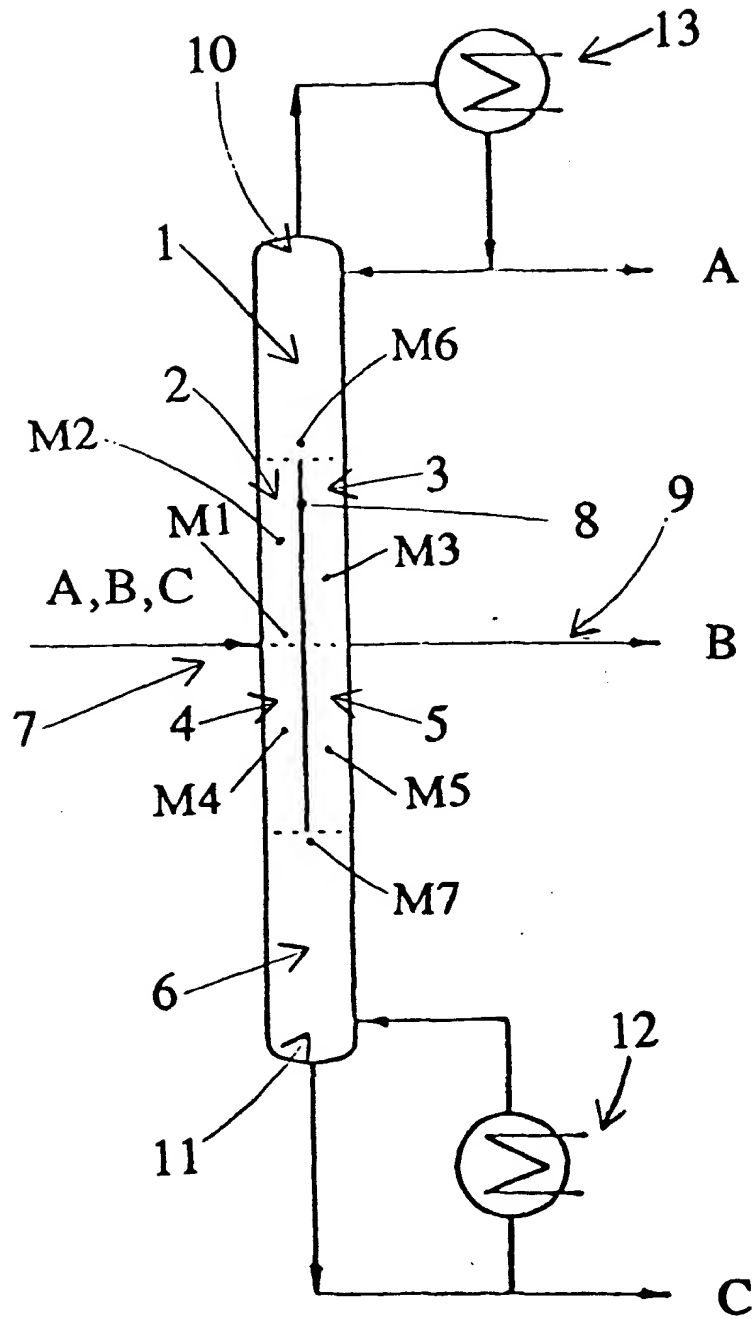
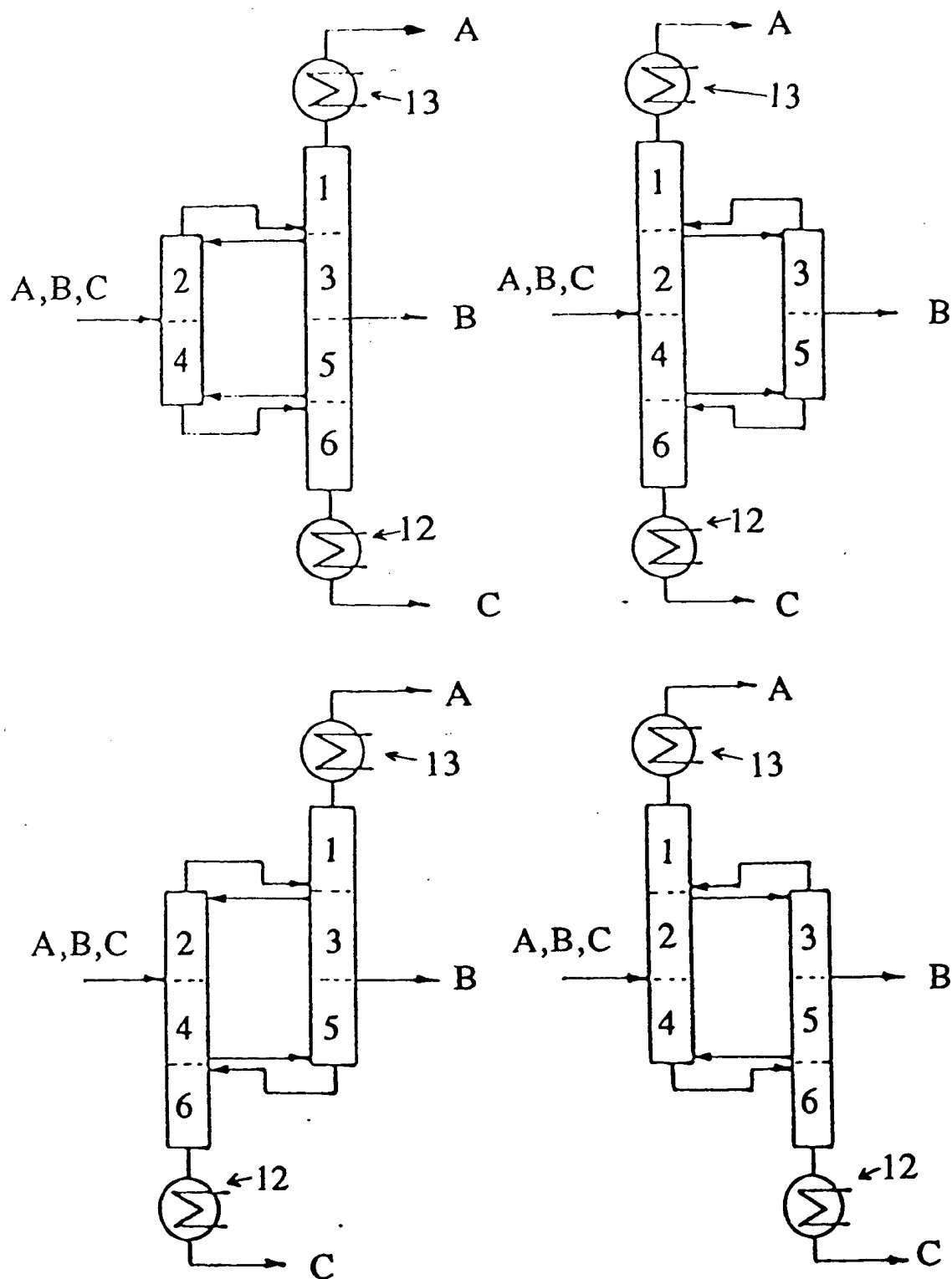
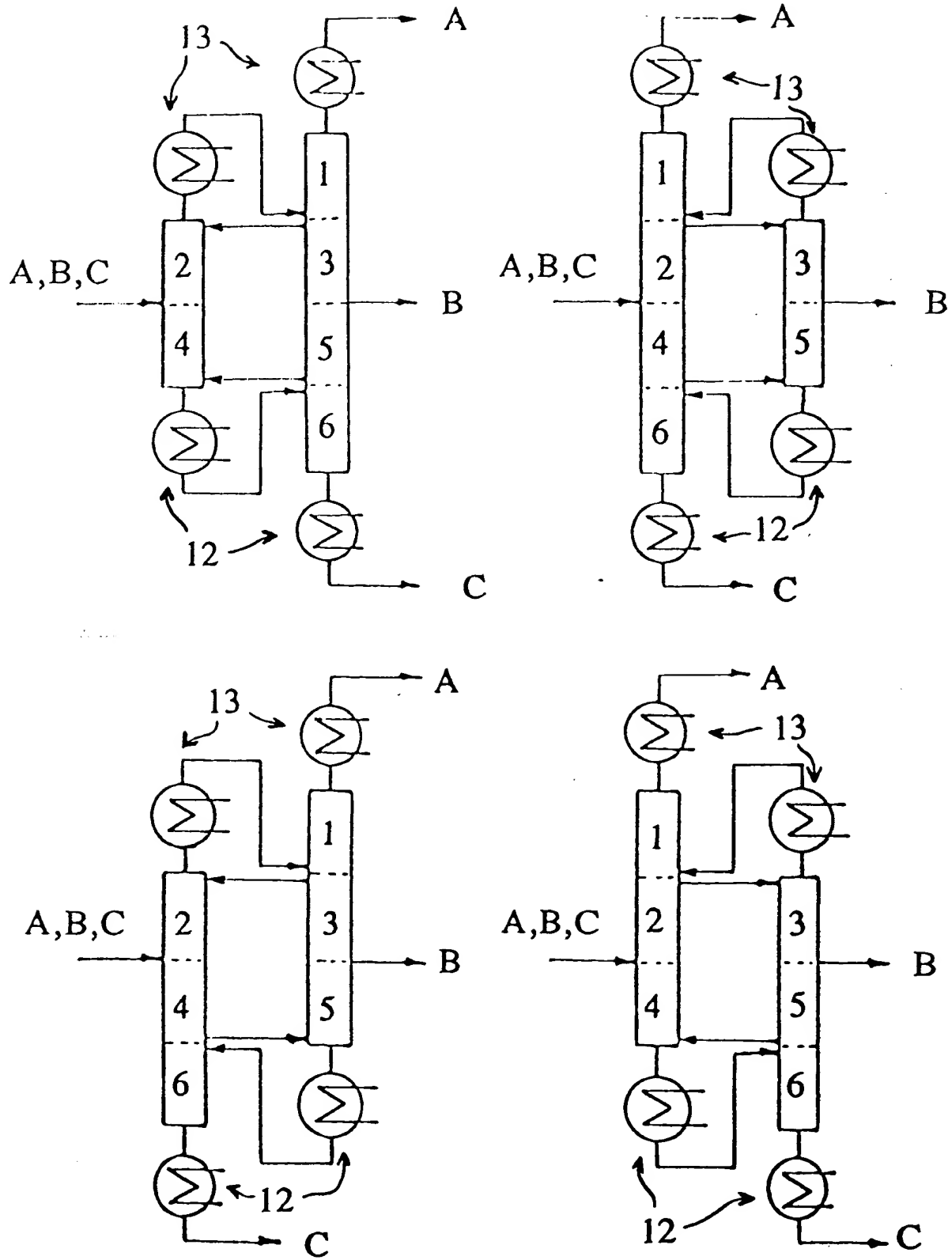


Fig. 1



**Fig. 2**



**Fig. 3**

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 780 147 A3

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(88) Veröffentlichungstag A3:  
14.01.1998 Patentblatt 1998/03

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>: B01D 3/14, B01D 3/42

(43) Veröffentlichungstag A2:  
25.06.1997 Patentblatt 1997/26

(21) Anmeldenummer: 96120440.1

(22) Anmeldetag: 18.12.1996

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
BE CH DE FR GB LI NL

• Stroezel, Manfred  
68549 Ilvesheim (DE)

(30) Priorität: 19.12.1995 DE 19547450

(74) Vertreter:  
Kinzebach, Werner, Dr. et al  
Patent Attorneys,  
Reitstötter, Kinzebach & Partner,  
Sternwartstrasse 4  
81679 München (DE)

(71) Anmelder:  
BASF AKTIENGESELLSCHAFT  
67056 Ludwigshafen (DE)

(72) Erfinder:  
• Kaibel, Gerd, Dr.  
68623 Lampertheim (DE)

(54) Verfahren zur Regelung einer Trennwandkolonne oder einer thermisch gekoppelten Destillationskolonne

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Regelung einer Trennwandkolonne oder einer thermisch gekoppelten Destillationskolonne zum Auftrennen eines Zulaufgemisches in drei Fraktionen (A,B,C), bei dem man das Zulaufgemisch an einer Zulaufstelle (7) im mittleren Bereich der Kolonne zuführt und eine Leichtsiederfraktion (A) am Kolonnenkopf, eine Mittelsiederfraktion (B) im mittleren Bereich der Kolonne und eine Hochsiederfraktion (C) am unteren Ende der Kolonne entnimmt, wobei man durch Konzentrationsmessungen an bestimmten Stellen im Bereich der Längsunterteilung (8) der Kolonne Regelungseingriffe zur Regelung der Kolonne bildet und die Regelungsstrategie in zwei Hierarchieebenen gliedert, wobei die Stelleingriffe der zweiten Hierarchieebene die Regelungseingriffe der ersten Hierarchieebene nicht beeinflussen.

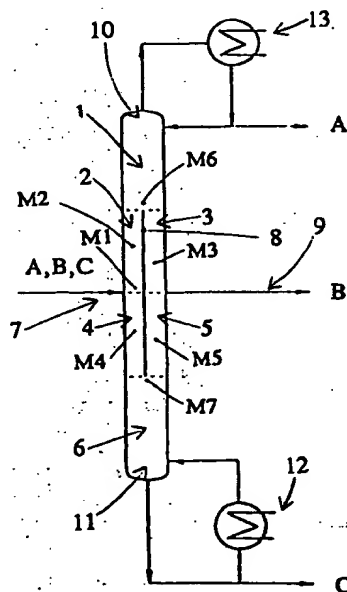


Fig. 1

EP 0 780 147 A3





Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung  
EP 96 12 0440

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.6)
D,A	DE 35 22 234 A (BASF AG) * das ganze Dokument *	1	B01D3/14 B01D3/42
A	US 4 230 533 A (VICTOR A. GIROUX) ---		
A	US 2 684 326 A (DAVID M. BOYD, JR) -----		
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6)
			B01D
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort <b>DEN HAAG</b>		Abschlußdatum der Recherche <b>14. November 1997</b>	Prüfer <b>Van Belleghem, W</b>
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument ..... & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 1503 03 82 (P04C03)